

Title: Method for obtaining bulk monocrystalline gallium nitride	
Application Number:	02801951
Publication Number:	1433308
Approval Pub. Date:	2006. 06. 21
International Classification:	C30B29/38;C30B7/10
Applicant(s) Name:	Ammono SP 200
Address:	Robert Dwiliński; Roman Doradzinski; Jerzy Garczynski
Inventor(s) Name:	wang huimin
Attorney & Agent:	
Abstract	
<p>The present invention provides a process for forming a bulk monocrystalline gallium nitride by using supercritical ammonia. The process comprises the steps of forming a supercritical solvent containing ion or ions of alkali metals in an autoclave; and dissolving a monocrystalline gallium nitride prepared by flux methods as a feedstock in this supercritical solvent to form a supercritical solution, and simultaneously or separately recrystallizing gallium nitride on the face of a seed.</p>	

[Close](#)

Copyright © 2007 Sipo. All Rights Reserved

R

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

[51] Int. Cl.
C30B 29/38 (2006.01)
C30B 7/10 (2006.01)

专利号 ZL 02801951.2

[45] 授权公告日 2006 年 6 月 21 日

[11] 授权公告号 CN 1260409C

[22] 申请日 2002.6.6 [21] 申请号 02801951.2

[30] 优先权

[32] 2001.6.6 [33] PL [31] P - 347918

[86] 国际申请 PCT/JP2002/005625 2002.6.6

[87] 国际公布 WO2002/101125 日 2002.12.19

[85] 进入国家阶段日期 2003.1.30

[71] 专利权人 波兰商艾蒙诺公司

地址 波兰华沙

共同专利权人 日亚化学工业株式会社

[72] 发明人 罗伯特·德威林斯基

罗曼·多拉辛斯基

哲兹·卡兹尼斯基

莱哲克·西芝普陶斯基 神原康雄

审查员 贾连锁

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司
代理人 汪惠民

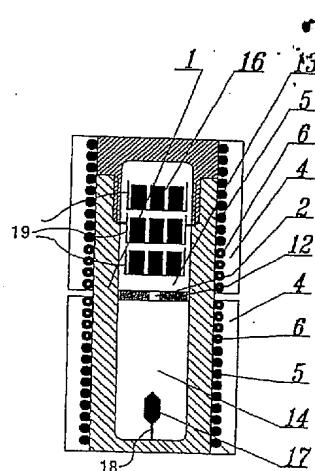
权利要求书 4 页 说明书 10 页 附图 5 页

[54] 发明名称

氮化镓的块状单结晶的制造方法

[57] 摘要

本发明涉及利用超临界氨制得氮化镓块状单结晶的方法。在高压釜中，形成含碱金属离子的超临界溶剂，在此，将熔化 (flux) 法所形成的氮化镓单结晶当作供料 (feed stock)，经溶解后生成超临界溶液，同时或是个别地在晶种面上再结晶出氮化镓。



1. 一种氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在高压釜中形成含有碱金属离子的超临界氨溶剂，在该超临界氨溶剂中溶解以熔化法所形成的氮化镓单结晶块、以比在超临界溶剂溶解前述以熔化法所形成的氮化镓单结晶块时更高温和/或更低压的条件下，使在溶解有通过所述熔化法所形成的氮化镓单结晶块的超临界溶液中的氮化镓在晶种面上形成结晶。
- 10 2. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：具有与所述以熔化法所形成的氮化镓单结晶块的溶解工序分开的另一个使超临界溶液在更高温及/或更低压下移动的工序。
- 15 3. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在高压釜中同时形成有温度差的至少 2 个区域，在低温溶解区域中配置通过所述熔化法所形成的氮化镓单结晶块，把晶种配置在高温结晶化区域中。
4. 根据权利要求 3 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：溶解区域与结晶化区域的温度差，是设定在确保超临界溶液内的化学输送范围内。
- 20 5. 根据权利要求 4 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：超临界溶液内的化学输送主要是通过对流来进行。
6. 根据权利要求 4 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：溶解区域与结晶化区域的温度差在 1℃以上。
- 25 7. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：以所述熔化法所形成的氮化镓单结晶块可以含有给予体、接受体或磁性掺质。
8. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在超临界溶剂中含有氨或其衍生物。
9. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在超临界溶剂中至少含有钠或钾的离子。

10. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：晶种具有至少含有镓或其它 III 族元素的氮化物结晶层。
11. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：晶种含有的镓氮化物结晶层的表面缺陷密度为 $10^6/\text{cm}^2$ 以下。
- 5 12. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：晶种为以熔化法所形成的氮化镓单结晶块。
13. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在晶种表面的(0002)面的 X 射线的摇摆曲线半高宽(FWHM)为 120 arcsec 以下。
- 10 14. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 100~800°C 的温度下进行。
15. 根据权利要求 14 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 300~600°C 的温度下进行。
16. 根据权利要求 15 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 400~550°C 的温度下进行。
17. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 100~10000 bar 的压力下进行。
18. 根据权利要求 17 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 1000~5500 bar 的压力下进行。
- 20 19. 根据权利要求 18 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：氮化镓的结晶化工序是在 1500~3000 bar 的压力下进行。
20. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：超临界溶剂内碱金属离子的浓度是调整到可以确保氮化镓的特定溶解度。
- 25 21. 根据权利要求 1 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：相对于超临界溶液内的其它成分的碱金属离子摩尔比控制在 1: 200~1: 2 以内。
22. 根据权利要求 21 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：相对于超临界溶液内的其它成分的碱金属离子摩尔比控制在 1: 30 100~1: 5 以内。

23. 根据权利要求 22 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：相对于超临界溶液内的其它成分的碱金属离子摩尔比控制在 1:20～1:8 的范围以内。

5 24. 一种氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在高压釜内将通过熔化法所形成的氮化镓单结晶块溶解在含有氨与碱金属离子的超临界溶剂中，供给氮化镓的溶解度为负温度系数的超临界溶液，利用氮化镓的溶解度负温度系数，使所述超临界溶液中的氮化镓结晶只在高压釜内所配置的晶种面上进行选择性地成长。

10 25. 一种氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：在高压釜内把通过熔化法所形成的氮化镓单结晶块溶解到含有氨与碱金属离子的超临界溶剂中，供给氮化镓的溶解度为正压力系数的超临界溶液，利用氮化镓的溶解度的正压力系数，使所述超临界溶液中的氮化镓结晶只在高压釜内所配置的晶种面上进行选择性地成长。

15 26. 根据权利要求 24 或 25 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：所述碱金属离子是以碱金属形态进行添加。

27. 根据权利要求 26 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：碱金属离子为含有选自 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 中 1 种或 2 种以上。

28. 根据权利要求 24 或 25 所述的氮化镓块状单结晶的形成方法，其特征在于：所述晶种为通过熔化法而形成的氮化镓单结晶块。

20 29. 一种氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：在高压釜内将通过熔化法所形成的氮化镓单结晶块溶解到含有氨与碱金属离子的超临界溶剂中、将氮化镓的溶解度有负温度系数的超临界溶液至少在高压釜内的配置晶种的区域中，通过上升到所定温度或下降到所定压力，将超临界溶液的溶解度调至相对于晶种为过饱和区域的不会产生自发性结晶浓度以下后，只在高压釜内所配置的晶种面上，使 GaN 结晶进行选择性地成长。

30 30. 根据权利要求 29 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：在高压釜内同时形成溶解区域与结晶化区域的 2 个区域，通过调整溶解温度和结晶化温度，进行对晶种的超临界溶液的过饱和管理。

31. 根据权利要求 30 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：把结晶化区域的温度设定在 400～600℃的温度。

32. 根据权利要求 29 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：在高压釜内同时形成溶解区域与结晶化区域的 2 个区域，使区域间的温差保持在 150℃以下。

5 33. 根据权利要求 29 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：在高压釜内同时形成溶解区域与结晶化区域的 2 个区域，使区域间的温差保持在 100℃以下。

10 34. 根据权利要求 29 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：设置 1 个或多个区分低温溶解区域与高温结晶化区域的折流板，通过调整溶解区域与结晶化区域的对流量来进行对于晶种超临界溶液的过饱和调整。

15 35. 根据权利要求 29 所述的氮化镓的块状单结晶的结晶方法，其特征在于：在高压釜中形成具有特定温度差的溶解区域与结晶化区域的 2 个区域，相对于晶种的超临界溶液的过饱和调整是，通过利用由投入其总面积大于晶种总面积的氮化镓结晶的熔化法所形成的氮化镓单结晶块来进行。